

Removal of harmful impurities from sulphuryl fluoride pest control gas

Patent Number: DE4441628
Publication date: 1996-05-30
Inventor(s): BINKER GERHARD DR (DE); BINKER JOACHIM (DE)
Applicant(s): BINKER MATERIALSCHUTZ GMBH (DE)
Requested Patent: ☐ DE4441628
Application Number: DE19944441628 19941123
Priority Number(s): DE19944441628 19941123
IPC Classification: A61L2/20; C01B17/45; E04B1/72
EC Classification: A01M13/00, A01M25/00, A61L2/20
Equivalents:

Abstract

A method for filling a region with a toxic treatment gas for pest control, contg. sulphuryl fluoride as the active component and impurities such as hydrogen fluoride, chlorine, hydrogen chloride, sulphonyl fluoride, sulphur dioxide and hydrogen sulphide, comprises passing the gas through a vessel contg. a dil. alkaline soln. which reacts with the impurities, but not with the sulphuryl fluoride, to form water soluble salts that remain in the vessel. The region is then filled with the purified gas.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Off nlegungsschrift
⑩ DE 44 41 628 A 1

⑥1 Int. Cl.⁸:
A 61 L 2/20
C 01 B 17/45
E 04 B 1/72

②1 Aktenzeichen: P 44 41 628.8
②2 Anmeldetag: 23. 11. 94
④3 Offenlegungstag: 30. 5. 96

DE 44 41 628 A 1

- ⑦1 Anmelder:
Binker Materialschutz GmbH, 90571 Schwaig, DE
- ⑦4 Vertreter:
Gaiser, H., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 90489 Nürnberg
- ⑦2 Erfinder:
Binker, Gerhard, Dr., 91207 Lauf, DE; Binker,
Joachim, 90518 Altdorf, DE
- ⑤6 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht zu ziehende Druckschriften:
- | | |
|-------|--------------|
| DE | 31 45 012 C2 |
| DE-AS | 11 60 409 |
| DE | 42 05 549 A1 |
| DE | 42 05 459 A1 |
| DE | 41 34 093 A1 |

AT 3 95 543 B
GB 7 27 062
Prospekt: Rauchgasreinigung, der Fa. montair
andersen bv, ausgelegt auf der Envitec im
April 1989;
WEBER, Günther, HOFER, Helmut: Großtechnische
Anwendung einer neuen oxidativen
Schwefelwasserstoff-Wäsche. In:
Chem.-Ing.Tech.60,1988, Nr.9, S.718-719 KRILL,
Helmut: Adsorption organischer Stoffe an
Aktivkohle. In: Staub.-Reinhalt. Luft 36,Juli 1976Nr. 7,
S.298-302;
N.N: Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie,
Verlag Chemie GmbH, Weinheim, 8. Aufl., Schwefel,
System Nr.9, Teil B., 1963, S.1732,1733;
OGNIBENI, Günter: Die Bekämpfung von
Holzschädlingen - gefaßte Holzobjekte unter Einsatz
von Gas. In: Restauro 4/1989, S.283-287;
REICHMUTH, Christoph, UNGER, Wibke und Achim:
Stickstoff zur Bekämpfung holzerstörender
Insekten Kunstwerken. In: Restauro 4/1991,
S.248-251;

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- ⑤4 Verfahren zur Begasung eines Raumes
- ⑤7 Bei einem Verfahren zur Begasung eines Raumes mit
einem toxischen Behandlungsgas zur Schädlingsbekämp-
fung, das als Wirkbestandteil Sulfurylfluorid mit Verunreini-
gungen enthält, sollen die Verunreinigungen vom Sulfuryl-
fluorid getrennt werden, ohne daß sich dieses zersetzt. Es
wird hierfür das Behandlungsgas durch einen verdünnte
Lauge enthaltenden Behälter geleitet, wobei die Verunreini-
gungen, nicht jedoch Sulfurylfluorid, mit der verdünnten
Lauge reagieren und in Wasser gelöste Salze bilden.

DE 44 41 628 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 04. 96 802 022/120

5/26

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Begasung eines Raumes mit einem toxischen Behandlungsgas zur Schädlingsbekämpfung, das als Wirkbestandteil Sulfurylfluorid und Verunreinigungen, wie HF, Cl₂, HCl, SOF₂, SO₂, H₂S enthält.

Ein derartiges Verfahren wird zum Abtöten von Schädlingen in Kunstgegenständen einer Kirche, eines Museums oder einer Bibliothek oder zur Vorratsschutzbehandlung verwendet. Ein derartiges Verfahren ist in der DE 43 43 689 C1 beschrieben.

Sulfurylfluorid wird als Wirkbestandteil verwendet, da es nicht karzinogen ist und die Ozonschicht nicht belastet.

Sulfurylfluorid wird als Behandlungsgas unter dem Markennamen "Vikane" vertrieben. Dieses Behandlungsgas enthält Verunreinigungen, die insbesondere aus denkmalschützerischen Gründen nicht an Kunstgegenstände gelangen sollen und sich bei einer Vorratsschutzbehandlung nicht an den Vorräten ablagern sollen und/oder elektrische Einrichtungen, wie Leitungen und Geräte des Behandlungsraumes, beispielsweise Kirche, Museum, Bibliothek oder Mühle, nicht angreifen sollen. Zu erwartende Verunreinigungen und deren Schadfolgen sind folgende:

- 1) HF wirkt ätzend, insbesondere auf Glas. An Metallen kann es zu Korrosionen führen. Somit können auch Farbpigmente von Fassungen, Büchern oder Stoffen angegriffen werden;
- 2) Cl₂ wirkt bleichend auf Farbpigmente und historisches Papier, Pergament und Textilien. Es kann zur Versprödung von Leder führen, das beispielsweise bei der Abdeckung von Orgelpfeifen verwendet wird. Außerdem wirkt es korrodierend auf Metalle;
- 3) HCl wirkt korrodierend auf Metalle und Vergoldungen. Es greift Farbpigmente an und bildet mit Feuchtigkeit Salzsäure, die ihrerseits Stuck oder Verputz schädigen kann;
- 4) SOF₂ ist stark ätzend, korrosiv wirkend und extrem haut- und schleimhautreizend;
- 5) SO₂ wirkt korrodierend auf Sandstein, Putz und Metalle und hat bleichende Wirkung;
- 6) H₂S wirkt ebenfalls schädigend;
- 7) Chlorkohlenwasserstoffe, beispielsweise Ethylendichlorid, lösen Fette, Öle, Harze und Kautschuk. Sie können also Ölgemälde schädigen und zersetzen sich oxidativ zu Salzsäure und Phosgen, die ihrerseits korrosiv bzw. ätzend sind;
- 8) Kohlenwasserstoffe greifen z. B. Lacke an.

Nach der DE 43 43 689 C1 wird das Behandlungsgas befeuchtet, wobei wenigstens SOF₂, SO₂ und Cl₂ mit Wasser reagieren. In einem Carbonatfilter erfolgt eine Umsetzung zu Feststoffen. In einem Aktivkohlefilter werden Chlorkohlenwasserstoffe gebunden.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs genannten Art, durch das dem Behandlungsgas die Verunreinigungen entzogen werden, ohne daß Sulfurylfluorid zersetzt wird, zu verbessern.

Erfindungsgemäß ist obige Aufgabe dadurch gelöst, daß das Behandlungsgas vor dem Einleiten in den Raum durch einen verdünnten Lauge enthaltenden Behälter geleitet wird, wobei die Verunreinigungen, nicht jedoch Sulfurylfluorid, mit der verdünnten Lauge reagieren und in Wasser gelöste Salze bilden, die im Behälter zurück-

bleiben.

Bei dem genannten Verfahren werden die Verunreinigungen von der verdünnten Lauge mit vergleichsweise hoher Reaktivität vom Sulfurylfluorid getrennt. Die Verwendung einer verdünnten Lauge ist erforderlich, da eine hoch konzentrierte Lauge das Sulfurylfluorid zersetzen würde. Dies wäre unerwünscht, da das Sulfurylfluorid als Wirkbestandteil in dem Raum zur Verfügung stehen muß. Es hat sich gezeigt, daß sich mit einer vergleichsweise geringen Menge von verdünnter Lauge der überwiegende Anteil der Verunreinigungen in der Lauge lösen oder abreagieren läßt. Zur Bindung von Chlorkohlenwasserstoffen ist ein Aktivkohlefilter vorgesehen.

Die Reinigung des Behandlungsgases direkt vor dem Einleiten in den Raum ist günstiger als eine vorherige Reinigung und gereinigte Anlieferung des Behandlungsgases an den Behandlungsort, weil das Behandlungsgas dann umgefüllt werden müßte und sich bei einer längeren Lagerung außerdem erneut Verunreinigungen bilden könnten.

Vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen und der folgenden Beschreibung. Die Figur zeigt eine Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens schematisch.

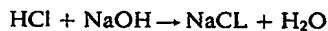
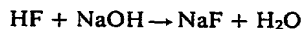
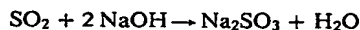
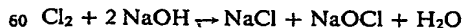
In einem Druckbehälter 1 wird das Behandlungsgas in flüssigem Zustand an die Arbeitsstelle, beispielsweise bei einer Kirche 2, angeliefert. An der Arbeitsstelle werden ein Heizgerät 3, beispielsweise Wärmetauscher oder Verdampfer, ein Aktivkohlefilter 4 und ein Laugenbehälter 5 installiert. Zwischen dem Druckbehälter 1 und dem Heizgerät 3 befindet sich ein Ventil 6. Die Apparate 1, 3, 4, 5 sind mit Rohrleitungen 7 verbunden. Ausgangsseitig ist der Laugenbehälter 5 über eine Rohrleitung 8 an den Kirchenraum 2 angeschlossen.

Im Laugenbehälter 5 befindet sich eine verdünnte Natronlauge. Der pH-Wert liegt vorzugsweise zwischen 8 und 14. Die Konzentration der Lauge beträgt beispielsweise 0,01 n bis 1 n (n = normal).

Das Behandlungsgas enthält Sulfurylfluorid, SOF₂ und ist in geringem Maße mit SOF₂, Cl₂, SO₂, HF, HCl, H₂S und Chlorkohlenwasserstoffen verunreinigt.

Beim Öffnen des Ventils 6 entspannt sich das Behandlungsgas und strömt in überwiegend flüssigem Zustand in das Heizgerät 3. Im Heizgerät 3 wird das Behandlungsgas vollständig in den gasförmigen Zustand gebracht, wodurch die Reaktion im Laugenbehälter 5 schneller wird.

Das Behandlungsgas gelangt dann in das Aktivkohlefilter 4. Die Aktivkohle bindet die Chlorkohlenwasserstoffe und Kohlenwasserstoffe. Danach gelangt das Behandlungsgas mit den genannten Verunreinigungen, außer Chlorkohlenwasserstoffen, in den Laugenbehälter 5 und strömt dort durch die verdünnte Lauge 5. Dabei ergeben sich folgende Reaktionen:



Die genannten Verunreinigungen bilden im Laugenbehälter 5 in Wasser gelöste Salze. Sie liegen somit nicht mehr gasförmig vor und können nicht mit dem Sulfurylfluorid den Laugenbehälter 5 verlassen. Das von den Verunreinigungen befreite Sulfurylfluorid strömt durch die Rohrleitung 8 in den Kirchenraum 2 und tötet dort Schädlinge ab. Es kann von Vorteil sein, das gereinigte Sulfurylfluorid noch zu trocknen, bevor es in den Kircheninnenraum geleitet wird.

Nach dem Einleiten der nötigen Menge von Sulfurylfluorid kann die verbrauchte Lauge wieder für andere Einsätze eingesetzt, durch Konzentrationserhöhung regeneriert oder entsorgt werden.

Als Lauge eignet sich nicht nur verdünnte Natronlauge, sondern es können auch andere, basische, wäßrige, verdünnte Lösungen verwendet werden. Solche sind beispielsweise Bariumhydroxid-, Kaliumhydroxid-, Calciumhydroxid-, Carbonatlösungen oder hochsiedende basische Alkohollösungen.

Die Temperatur der Laugenlösung kann über oder unter Raumtemperatur liegen. Liegt die Temperatur der Laugenlösung über der Raumtemperatur und wird sie bei dieser erhöhten Temperatur gehalten, dann kann auf das Heizgerät 3 verzichtet werden, da Sulfurylfluorid dann im Laugenbehälter 5 vom flüssigen in den gasförmigen Zustand überführt wird und in diesem nicht nur gereinigt, sondern auch gleichzeitig verdampft wird. Gasförmiges Sulfurylfluorid wird infolge der größeren Oberfläche im Laugenbehälter effektiver und schneller gereinigt; die Verunreinigungen reagieren schnell vollständig ab.

Der Verbrauch der Lauge kann mit einem pH-Meßgerät oder mit anderen Indikatoren kontrolliert werden.

bindet.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Behandlungsgas vor dem Einleiten in den Laugenbehälter erwärmt wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Behandlungsgas von der Lauge erwärmt wird.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

Patentansprüche

1. Verfahren zur Begasung eines Raumes mit einem toxischen Behandlungsgas zur Schädlingsbekämpfung, das als Wirkbestandteil Sulfurylfluorid und Verunreinigungen, wie HF, Cl₂, HCl, SOF₂, SO₂, H₂S enthält, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Behandlungsgas vor dem Einleiten in den Raum durch einen verdünnte Lauge enthaltenden Behälter geleitet wird, wobei die Verunreinigungen, nicht jedoch Sulfurylfluorid, mit der verdünnten Lauge reagieren und Wasser gelöste Salze bilden, die im Behälter zurückbleiben.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als verdünnte Lauge Natronlauge verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Lauge eine basische, wäßrige, verdünnte Lösung, wie Bariumhydroxid-, Kaliumhydroxid-, Calciumhydroxid-, Carbonatlösung oder eine basische Alkohollösung verwendet wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Konzentration der verdünnten Lauge zwischen 0,01 n und 1 n liegt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß der pH-Wert der verdünnten Lauge zwischen 8 und 14 liegt.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Behandlungsgas vor dem verdünnte Lauge enthaltenden Behälter über ein Aktivkohlefilter geleitet wird, das Chlorkohlenwasserstoffe und Kohlenwasserstoffe

